

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНИОНОВ В СЛОИСТЫХ ГИДРОКСИДАХ РЗЭ МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА

Шадрина Л.М.\*, Шафар О.Ю., Гордеев Е.В., Данилов Д.А.

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

\*E-mail: [shadrina\\_lm@mail.ru](mailto:shadrina_lm@mail.ru)

## ANIONS DETERMINATION IN LAYERED HYDROXIDES OF REE USING CAPILLARY ELECTROPHORESIS

Shadrina L.M.\*, Shafar O.Y., Gordeev E.V., Danilov D.A.

Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

In this research determination of anions in layered hydroxides of gadolinium and europium using capillary electrophoresis was studied.

Для изготовления люминесцентных пленок используют редкоземельные элементы, так как они обладают уникальными оптическими свойствами. Коллоидные растворы получают, проводя анионообмен с последующим расслаиванием слоистых гидроксидов. Для того, чтобы определить полноту протекания реакции анионообмена, проводится качественное и количественное определение анионов в полученных гидроксидах.

Методы капиллярного электрофореза получили своё распространение около двадцати лет назад. Они позволяют быстро и с высокой чувствительностью определять все анионы в смеси.

Ранее определение нитрат-ионов проводилось спектрофотометрическими методами, основанными на нитровании или окислении органических соединений или на восстановлении нитрата до нитрита или аммиака [1]. Также использовались электрохимические методы [2].

В данной работе проводилось определение фторид-, сульфат- и нитрат-ионов по методике [3] с использованием системы капиллярного электрофореза Капель-103Р.

Был проведен сравнительный анализ содержания анионов в исследуемом растворе в зависимости от способа растворения гидроксида. Растворение велось в соляной кислоте, в воде с различными комплексоном (натрий салициловокислый, натрий лимоннокислый 3-замещённый, янтарная кислота, малеиновая кислота, ЭДТА), в соляной кислоте с добавлением ЭДТА. При кислотном растворении обеспечивается полный переход нитрат-ионов в раствор.

Растворение навески 0.1 г сухого остатка проводили раствором соляной кислоты (1 М) в мерных колбах на 50 см<sup>3</sup> с последующим добавлением ЭДТА (0,05 М) и доведением раствором NaOH (1 М) до pH=10. Также проводилась дегазация всех проб центрифугированием в течение 10 минут при 3000 об/мин и вакуумированием в вакуум-эксикаторе с помощью водоструйного насоса в течение 15

минут. Ввод проб проводился в течение 10 сек, при давлении 30 мбар и напряжении 0,0 кВ. Анализ вели в течение 7 минут при напряжении 17 кВ.

1. Streuli C.A., Averell P.A., Analytical Chemistry of Nitrogen and its Compounds, Chapter 4, Wiley-Interscience (1970).
2. Уильямс У. Дж. Определение анионов, Химия (1982).
3. ООО «ЛЮМЭКС», Методика измерений массовой концентрации хлорид-ионов, нитрит-ионов, сульфат-ионов, нитрат-ионов, фторид-ионов и фосфат-ионов в пробах природных, питьевых и очищенных сточных вод с применением системы капиллярного электрофореза «Капель» М 01-30-2009, Санкт-Петербург (2009).

### **Синтез И СПЕКТРАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА НОВЫХ ЛЮМИНОФОРОВ $\text{Ca}_2\text{La}_{6,8}\text{Eu}_{1,2}(\text{XO}_4)_6\text{O}_{2-\delta}$ ( $\text{X} = \text{Si}, \text{W}$ ), ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ АНИОННОГО ЗАМЕЩЕНИЯ**

Шебухова Е. А.<sup>1\*</sup>, Васин А. А.<sup>2</sup>, Зуев М. Г.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>) Уральский федеральный университет имени первого Президента России  
Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

<sup>2</sup>) Институт химии твердого тела УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия

\*E-mail: [zuev@ihim.uran.ru](mailto:zuev@ihim.uran.ru)

### **SYNTHESIS AND SPECTRAL PROPERTIES OF NEW PHOSPHORS $\text{Ca}_2\text{La}_{6,8}\text{Eu}_{1,2}(\text{XO}_4)_6\text{O}_{2-\delta}$ ( $\text{X} = \text{Si}, \text{W}$ ), OBTAINED BY THE ANIONIC SUBSTITUTION METHOD**

Shebukhova E. A.<sup>1\*</sup>, Vasin A. A.<sup>2</sup>, Zuev M. G.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>) Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

<sup>2</sup>) Institute of solid state chemistry, Russian academy of sciences, Ural branch,  
Yekaterinburg, Russia

New red-emitting phosphors  $\text{Ca}_2\text{La}_{6,8}\text{Eu}_{1,2}\text{Si}_{6-x}\text{W}_x\text{O}_{26+x-\delta}$  ( $x=0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4$ ) have been synthesized by a citrate-nitrate solutions combustion method, characterized by powder X-ray diffraction and studied by optical spectroscopy techniques. The results showed that the fluorescence quantum yield depends on the annealing temperature and powders compressibility of the samples. Furthermore, shift absorption bands of optical centers influence on integrated emission intensity.

Люминофоры с общей формулой  $\text{Ca}_2\text{La}_{6,8}\text{Eu}_{1,2}\text{Si}_{6-x}\text{W}_x\text{O}_{26+x-\delta}$  ( $x=0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4$ ) со структурой типа апатит силиката были синтезированы золь-гель методом, с использованием цитратно-нитратных растворов. Оксид  $\text{SiO}_2$  переведен в гель через механическую активацию с лимонной кислотой и этиловым спиртом. Катионы  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{La}^{3+}$ ,  $\text{Eu}^{3+}$  были осаждены в этилцитратную матрицу из растворов соответствующих нитратов, катион  $\text{W}^{6+}$  был введен после предварительного растворения соответствующего оксида в водном аммиаке. Этиловый спирт с водой